

JP 3242213 Abstract

2/9/2

DIALOG(R)File 351: Derwent WPI

(c) 2007 The Thomson Corporation. All rights reserved.

0005744415 WPI Acc no: 1991-359215/199149

XRAM Acc no: C1991-154991 XRPX Acc No: N1991-275083

Diesel particulate filter operable at high temps. - consisting of composite oxide coated axial cells having ends closed with sealant

Patent Assignee: TOYODA AUTOMATIC LOOM CO LTD (TOYX); TOYOTA JIDOSHA KK (TOYT)

Inventor: FUJIMOTO Y; KANAZAWA H; OGURA Y

Patent Family (1 patents, 1 countries)							
Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Update	Type
JP 3242213	A	19911029	JP 199037848	A	19900219	199149	B

Priority Applications (no., kind, date): JP 199037848 A 19900219

Alerting Abstract JP A

Diesel particulate filter includes porous walls to form numerous axial cells each having opposite ends alternatively closed with sealant on exhaust gas inlet and outlet sides. Wash coat made of beta-alumina based composite oxide is formed on surface of walls.

ADVANTAGE - Even when filter is reclaimed at high temps, its particulate-capturing power can be fully maintained.

Title Terms /Index Terms/Additional Words: DIESEL; PARTICLE; FILTER; OPERATE; HIGH; TEMPERATURE; CONSIST; COMPOSITE; OXIDE; COATING; AXIS; CELL; END; CLOSE; SEAL

Class Codes

International Patent Classification					
IPC	Class Level	Scope	Position	Status	Version Date
B01D-039/20; F01N-003/02			Secondary		"Version 7<

File Segment: CPI; EngPI

DWPI Class: J01; Q51

Manual Codes (CPI/A-N): J01-G03B

Original Publication Data by Authority

Japan

Publication No. JP 3242213 A (Update 199149 B)

Publication Date: 19911029

DIESEL PARTICULATE FILTER

Assignee: TOYODA AUTOMATIC LOOM CO LTD (TOYX)

TOYOTA AUTOM LOOM WORKS LTD (TOYT)

Inventor: KANAZAWA HIROYOSHI

FUJIMOTO YOSHITOMI

OGURA YOSHITSUGU

Language: JA

Application: JP 199037848 A 19900219 (Local application)

Original IPC: B01D-39/20 F01N-3/02

Current IPC: B01D-39/20 F01N-3/02

⑫ 公開特許公報(A) 平3-242213

⑬ Int. Cl.³B 01 D 39/20
F 01 N 3/02

識別記号

3 0 1 D
3 0 1 C
3 0 1 Z

庁内整理番号

7059-4D
7910-3G
7910-3G

⑭ 公開 平成3年(1991)10月29日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 ディーゼルバティキュレートフィルタ

⑯ 特 願 平2-37848

⑰ 出 願 平2(1990)2月19日

⑱ 発 明 者 金 沢 博 敬 愛知県刈谷市豊田町2丁目1番地 株式会社豊田自動織機
製作所内

⑲ 発 明 者 藤 本 善 富 愛知県刈谷市豊田町2丁目1番地 株式会社豊田自動織機
製作所内

⑳ 発 明 者 小 倉 義 次 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内

㉑ 出 願 人 株式会社豊田自動織機 愛知県刈谷市豊田町2丁目1番地
製作所

㉒ 出 願 人 トヨタ自動車株式会社 愛知県豊田市トヨタ町1番地

㉓ 代 理 人 弁理士 大 川 宏

明 細 書

1. 発明の名称

ディーゼルバティキュレートフィルタ

2. 特許請求の範囲

(1) 柱状をなし、無数のポアをもつ壁部によって多数のセルが軸方向に形成され、該各セルが排気ガスの入口側と出口側のうちいずれか一方で栓材によって交互に閉塞されているディーゼルバティキュレートフィルタであって、

前記壁部の表面には、 β -アルミナ型複合酸化物からなるウォッシュコート層が形成されていることを特徴とするディーゼルバティキュレートフィルタ。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、ディーゼル機関から排出されるスス、SOF(Soluble Organic Fraction)、サルフェート等のディーゼル微粒子(ディーゼルバティキュレート)を捕集するディーゼルバティキュレートフィルタ(以下、D

PFという。)に関する。

〔従来の技術〕

従来のDPFとして、柱状をなし、無数のポアをもつ壁部によって多数のセルが軸方向に形成され、各セルが排気ガスの入口側と出口側のうちいずれか一方で栓材によって交互に閉塞されているものが知られている。かかる従来のDPFは、主にコーゼライトからなるハニカム構造体と、このハニカム構造体の壁部に形成された γ -アルミナ又はチタニアからなるウォッシュコート層とからなる。このDPFは、コーゼライトからなるハニカム構造体の表面積が $1\text{ m}^2/\text{g}$ 以下であったのに対し、 γ -アルミナ又はチタニアからなるウォッシュコート層の表面積が $100\sim 200\text{ m}^2/\text{g}$ と高表面積化されており、ジャケットに装備されることによりディーゼル機関のディーゼルバティキュレート捕集装置として用いられる。この際、DPFは、栓材によって閉塞されていない入口側からセルに導かれた排気ガスを、そのセルを出口側で閉塞する栓材によってそのセルから隣接する

セルに移動させ、ウォッシュコート層にバティキュレート中のSOF、サルフェートを吸着するとともに、壁部のポアにススを蓄積し、排気ガス中のバティキュレートを捕集する。

〔発明が解決しようとする課題〕

ところが、上記従来のDPFでは、 γ -アルミナやチタニアからなるウォッシュコート層を採用していたため、再生処理の際の熱によりウォッシュコート層にシンタリングが発生する。すなわち、 γ -アルミナを用いたものでは γ -アルミナが α -アルミナに転移し、チタニアを用いたものではアナターゼがルチルに転移し、いずれもシンタリングが発生する。このため、従来のDPFでは、シンタリングによってウォッシュコート層の表面積が低下し、またシンタリングによる熱応力の発生によりウォッシュコート層が壁部から剥離し、バティキュレートの捕集効率の低下を生じるという問題点を有していた。

本発明は、高温で再生処理が行なわれても優れたバティキュレート捕集能力を十分に維持できる

DPFを提供することを解決すべき技術課題とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明のDPFは、上記課題を解決するため、柱状をなし、無数のポアをもつ壁部によって多数のセルが軸方向に形成され、該各セルが排気ガスの入口側と出口側のうちいずれか一方で栓材によって交互に閉塞されているDPFであって、

前記壁部の表面には、 β -アルミナ型複合酸化物からなるウォッシュコート層が形成されているという新規な手段を採用している。

本発明のDPFは、コーゼライト等のセラミックからなる市販のハニカム構造体と、このハニカム構造体に形成される β -アルミナ型複合酸化物からなるウォッシュコート層とから構成することができる。

ハニカム構造体は、柱状をなし、無数のポアをもつ壁部によって多数のセルが軸方向に形成され、各セルが排気ガスの入口側と出口側のうちいずれか一方で栓材によって交互に閉塞されている。な

お、壁部の各ポアは、それぞれ独立に存在するものではなく、セラミック粉末の粒界に存在する細隙によって相互に連通している。

ウォッシュコート層は、各セルを形成する壁部の表面に形成される。このウォッシュコート層は、Ba、Mn、Sr、La等で Al_2O_3 の一部が置換された板状の結晶構造をもつ β -アルミナ型複合酸化物からなり、この β -アルミナ型複合酸化物の粉末をウォッシュコートすることにより形成することができる。ウォッシュコート層においても、かかる結晶間に存在する細隙によって相互に連通するポアが形成されている。このウォッシュコート層に活性物質等を担持させることもできる。なお、本発明者らはウォッシュコート層として他の耐熱セラミックを採用することも検討したが、例えば Si_3N_4 や SiC 等の Si 系セラミックでは再生処理や使用の条件によりこれらが一部 SiO_2 に変化すること、ムライトファイバではやはり再生処理によってシンタリングしてしまうことなど、他の耐熱セラミックはDPFに適さ

ないことが明らかとなり、本発明を完成するに至ったものである。

本発明のDPFは、耐熱性、耐食性に優れた通常ステンレス鋼製のジャケットに装備され、ディーゼル機関のディーゼルバティキュレート捕集装置として使用される。

〔作用〕

本発明のDPFは、栓材によって閉塞されていない入口側からセルに導かれた排気ガスを、そのセルを出口側で閉塞する栓材によってそのセルから隣接するセルに移動させる。この際、ウォッシュコート層は、 β -アルミナ型複合酸化物の置換元素により異なるが、 $100 \sim 300 \text{ ml/g}$ 程度の高表面積を有している。このため、本発明のDPFは、ウォッシュコート層にバティキュレート中のSOF、サルフェートを吸着するとともに、壁部のポアにススを蓄積し、排気ガス中のバティキュレートを捕集する。また、ウォッシュコート層は、 β -アルミナ型複合酸化物の置換元素により異なるが、耐熱性も融点が 1500°C 程度以上

と高い。このため、本発明のDPFは、再生処理の際、付着したスス等の燃焼熱も加わって焼成温度が1200~1400℃に達してもシンタリングし難い特性を有しており、表面積の低下や活性物質を含むウォッシュコート層の剥離を生じにくい。

〔実施例〕

以下、本発明を具体化した実施例を比較例とともに図面を参照しつつ説明する。

（実施例1）

本実施例のDPFは、第1図に示すように、市販の柱状をなすコーゼライトからなるハニカム構造体1と、第2図に示すように、このハニカム構造体1に形成されたβ-アルミナ型複合酸化物からなりPtを担持したウォッシュコート層2とからなる。

ハニカム構造体1は、第1図に示すように、壁部10によって多数のセル11が軸方向に形成されたものであり、各セル11が排気ガスの入口側と出口側のうちいずれか一方でコーゼライトか

らなる栓材12によって交互に閉塞されている。壁部10は $t=0.3\sim0.5$ mmであり、この壁部10は第2図に示すように、 $\phi=0.5\sim2.0\mu m$ の無数のポア10aをもつ。

ウォッシュコート層2はハニカム構造体1の壁部10に形成されている。このウォッシュコート層2は次のように形成したものである。まず、β-アルミナ型複合酸化物粉末として、 $BaO\cdot6Al_2O_3$ 粉末を用意した。このβ-アルミナ型複合酸化物粉末は、高表面積を得るためゾル-ゲル法により得られた325メッシュ程度の細かいものである。このβ-アルミナ型複合酸化物粉末と蒸留水とを攪はんし、B型粘度計において50cPs程度の粘度となるようスラリを調整した。このスラリに上記ハニカム構造体1を含浸させ、エアブローすることにより余分なスラリを吹飛ばし、均一に壁部10にスラリを被覆した。そして、スラリを被覆したハニカム構造体1を約1000℃、大気中にて焼成した。こうして、ハニカム構造体1の壁部10に50g/l以上のウォッ

シュコート層2を形成した。なお、ウォッシュコート層2には、第3図に示すように、結晶間に存在する細隙によってポア2aが形成されている。そして、1~2g/lのPt担持量となるよう吸水量及びPt濃度を調整した白金アンモン液を用意した。この白金アンモン液に上記ウォッシュコート層2を形成したハニカム構造体1を所定時間含浸することにより、ウォッシュコート層2にPtを担持した。こうして実施例1のDPFを得た。

（実施例2）

β-アルミナ型複合酸化物粉末として $BaO\cdot MnO_2\cdot Al_2O_3$ 粉末を用いた以外は実施例1と同じ条件でDPFを得た。

（実施例3）

β-アルミナ型複合酸化物粉末として $SrO\cdot La_2O_3\cdot MnO_2\cdot Al_2O_3$ 粉末を用いた以外は実施例1と同じ条件でDPFを得た。

（比較例）

β-アルミナ型複合酸化物粉末の代りにγ-アルミナ粉末（平均粒径10μm）を用い、このス

ラリを約600℃程度で焼成することによりγ-アルミナからなるウォッシュコート層を形成した。他の条件は実施例1と同様にしてDPFを得た。

（評価）

①実施例1~3と比較例のDPFの熱処理後の表面積を比較した。熱処理は、通常DPFに行なわれる再生処理の条件より苛酷なものであり、各DPFを電気炉にて1000℃×5hr又は1200℃×10hr保持することにより行なった。そして、実施例1~3及び比較例のDPFの熱処理前と熱処理後との表面積を水銀式表面積計で測定した。1200℃×10hr保持した結果を第4図に示す。

実施例1~3のDPFは、1000℃×5hrにおいて100ml/g程度の表面積を有していた。1200℃×10hrという苛酷な条件下においては、第4図に示すように、耐熱性の低い順から、実施例1のDPFでは10ml/g程度の表面積、実施例2のDPFでは20ml/g程度の表面積、実施例3のDPFでは40ml/g程度の表面積を

有していた。これに対し、比較例のDPFは、1000℃×5hrにおいて1ml/g以下の表面積となってしまった。

②また、再生処理後のウォッシュコート層の状態を観察した。再生処理としては、約20g/lのパティキュレートを蓄積した実施例1～3及び比較例のDPFを電気炉を用いて700℃で焼成した。

この結果、実施例1～3のDPFでは、ウォッシュコート層がシタリングせず、剥離量は実験誤差内の1g/l以下程度測定されたのみであった。これに対し、比較例のDPFでは、ウォッシュコート層が熱衝撃によってシタリングし、剥離量は10g/l程度測定された。

③さらに、上記条件で再生処理された実施例1～3及び比較例のDPFを第1図に示すようにステンレス鋼製のジャケット3に装備し、ディーゼルパティキュレート捕集装置を粗付けた。そして、これらのディーゼルパティキュレート捕集装置を3直噴ディーゼル機関搭載のフォークリフトに

それぞれ装備し、全速2600rpm、3hr運転の条件でパティキュレートの捕集効率を測定した。この結果、実施例1～3のDPFは、使用前の捕集効率にほとんど回復していた。これに対し、比較例のDPFは、使用前の捕集効率から約10%程度低下していた。これは実施例1～3のDPFが700℃程度の温度では結晶構造が変化しないからである。

これらの評価より、実施例1～3のDPFは、比較例のDPFと比較して、再生処理の条件においてシタリングせず、ウォッシュコート層の剥離が生じにくく、より苛酷な条件下でも数十倍から百倍以上の高表面積を維持できることがわかる。そして、実施例1～3のDPFは、比較例のDPFと比較して、再生処理によってパティキュレート捕集能力を充分回復できることがわかる。

〔発明の効果〕

以上詳述したように、本発明のDPFは、セルを形成する壁部の表面にβ-アルミナ型複合酸化物からなるウォッシュコート層が形成されている

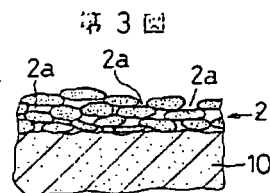
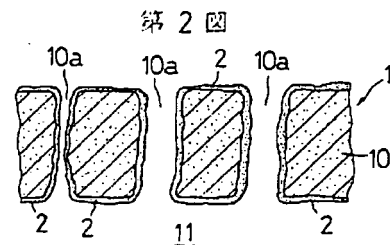
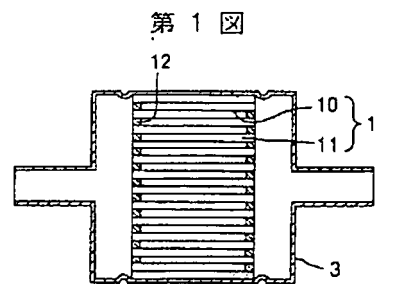
ため、高温で再生処理又は使用が行なわれてもパティキュレート捕集能力を十分に維持できるものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は実施例1のDPFを装備したディーゼルパティキュレート捕集装置の断面図、第2図は実施例1のDPFを拡大した断面図、第3図は第2図のDPFをさらに拡大した断面図、第4図は実施例と比較例における特性を示すグラフである。

- 1…ハニカム構造体 10a…ボア
- 10…壁部 11…セル
- 12…栓材
- 2…ウォッシュコート層

特許出願人 株式会社豊田自動織機製作所
同 トヨタ自動車株式会社
代理人 弁理士 大川 宏



第 4 図

